



特許庁長官 三宅 幸夫 殿

1. 発明の名称 センサイリヨウ センシヨクホウ
板紙材の染色法

2. 原特許出願の表示 昭和47年特許願才89571号
(昭和47年9月8日)

人 類 學

住 所 埼玉県与野市上落台^{カミオチアイ} 1089番地

氏 名 コ小 イソ磯 ヨウ洋 イチ一 (ほか2名)

4. 特許出願人

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号

氏 名 (4 0 8) 日 本 化 薬 株 式 会 社

代表者取締役社長 原 安 三 郎

5 代 理 人 5 1 0 0

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号

氏 名 日本化薬株式会社内 TEL (216) 0461

(6126) 弁理士 竹田和彦 印

4. 添付書類の目録

(1) 明細書 1 通

(2) 驗看副本 . . . 通

(3) 委任状、通

照合誘

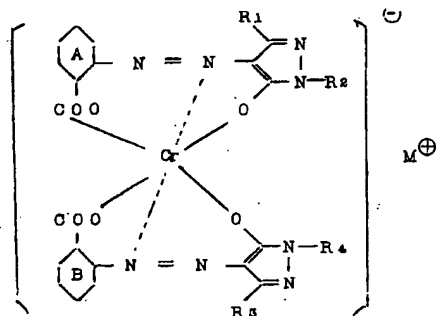
明 細 書

1. 発明の名称

纖維材料の染色法

2. 特許請求の範囲

下記一般式(1)

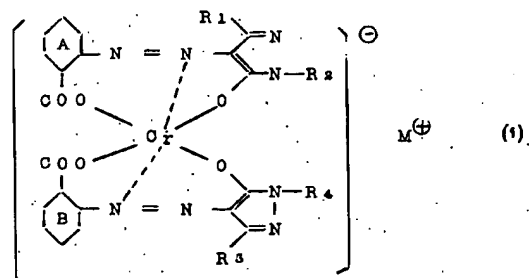


(式中 R_1 , R_3 は共にフェニル基か又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし R_2 , R_4 は R_1 , R_3 が共にフェニル基の場合はフェニル基又はナフチル基で、 R_1 , R_3 の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A、B 及び R_1 ,

R₁, R₂, R₃がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有していてもよく、A又はR₂の何れかひとつはスルホン酸基を有するものとする。Mはアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は一般式(1)



(式中 R_1, R_2 は共にフエニル基か、又は何れか一方がフエニル基で他はメチル基とし、 R_3, R_4 は R_1, R_2 が共にフエニル基の場合はフエニル基又はナフチル基で、 R_1, R_2 の何れか一方がフエニル基で他

①⑨ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 49-92382

④3公開日 昭49.(1974)9. 3

②特願昭 48-20233

②出願日 昭47.(1972)9.8.

審查請求

有

(全 6 頁)

厅内整理番号

⑤②日本分類

6540 47

7142 47

48 BO

23 D3

はメチル基の時は共にナフタリン基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B 及び R₁, R₂, R₃, R₄がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有してよく A 又は R₂の何れかひとつはスルホン酸基を有するものとする。M はアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)

にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法に関するものである。

カップリング成分として一般のピラゾン誘導体を有する染料が含金属酸性染料として繊維材料の染色及び捺染に適用されること自身は公知である。

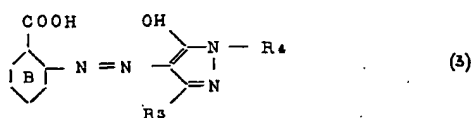
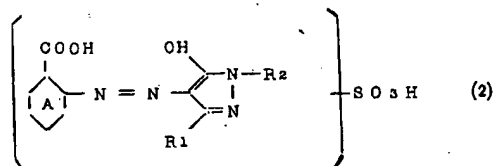
本発明者等はこの種の染料の構造と性質との関係を検討するうちに前記一般式(1)で表わされる染料が優れた堅牢度を有する上に独特の鮮明な黄色の染色物を与えることを見出した。

本発明の方法に用いられる繊維材料としては羊毛、ポリアミド、絹等の含窒素系繊維、ポリビニルアルコール系繊維、ポリウレタン系繊維を挙げることができる。

することによつて行われる。

本発明に用いられる前記一般式(1)で表わされる染料はそれ自身新規染料であり、種々の方法で合成される。

例えば後記一般式(2)及び(3)のモノアゾ染料



(式中の各記号は一般式(1)に於いて与えた意味を持つ)は弱酸性ないしアルカリ性媒質中でカップリングさせることによつて公知の方法で作ることができる。この工程で使用されるジアゾ化合物は例えば 2-アミノ安息香酸、2-アミノ-4-スルホ安息香酸、2-アミノ-4-クロロ安息香酸、2-アミノ-4-ブロム安息香酸、2-ア

本発明方法による染色は繊維材料に対し常法の浸染、捺染、パッディング染色法等広範囲に適用しうる。

含窒素系繊維の浸染は芒硝、食塩、酢酸アンモニウム、硫酸アンモニウム等のアンモニウム塩、酢酸、蟻酸等の無機或は有機酸を含む染浴で一般には 90 ~ 100 °C の温度で行われる。

パッディング染色は染料、尿素、アルギン酸ナトリウムの如きマイグレーション防止剤、染料溶解剤、浸透剤等で成るパッディング液を調整し、繊維をパッドした後比較的高い温度、例えば 100 ~ 120 °C 位で乾熱又は蒸熱する。場合によつては誘酸又は蟻酸等の無機、有機酸を含むアシッドシヨック浴に 70 ~ 100 °C、10 秒 ~ 5 分間処理することによつて行われる。この場合パッディング後、蒸熱或は乾熱の代りに若干の酸性物質を含む水浴で煮沸してもよい。

捺染は染料と糊材とを混合し、更に硫酸アンモニウム、酒石酸アンモニウム、酢酸等の酸発生剤或は有機酸を添加した色糊を印捺し蒸熱又は乾熱

ミノ-5-スルホ安息香酸、2-アミノ-5-ニトロ安息香酸、2-アミノ-3 又は -5-ニトロ-4-スルホ安息香酸、2-アミノ-3-メトキシ安息香酸、2-アミノ-3 又は 4-スルホ-5-クロ安息香酸、2-アミノ-3 又は 4-メチル安息香酸、2-アミノ-4-メトキシ-5-ブロム安息香酸の様なアミンから誘導される。

又カップリング成分としては

- 1-(2'-エチルフエニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(4'-ブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-クロロ-6'-メチルフエニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(3'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-, 3'-, 又は 4'-クロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2', 5'-又は 3', 4'-ジクロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2', 5'-ジブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2', 4', 6'-トリクロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(4'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-ニトロ-5'-クロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-メトキシ-5'-メチルフエニル)-3-メチル-5-ピラゾン

1-(2', 5'-ジメトキシフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
 1-(1'-ナフチル)-3-メチル-5-ピラゾロン
 1, 3-ジフェニル-5-ピラゾロン
 1-(2'-, 3'-, 又は4'-ニトロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2'-, 3'-, 又は4'-クロロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2'-, 3'-, 又は4'-ブロムフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
 ロン
 1-フェニル-3-(2'-, 3'-, 又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾ
 ロン
 1-フェニル-3-(2'-, 3'-, 又は4'-ニトロフェニル)-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2'-, 3'-, 又は4'-クロロフェニル)-3-(2'-, 3'-, 又は4'-
 4'-エチルフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(2'-, 3'-, 又は4'-メトキシフェニル)-3-(2'-, 3'-, 又は4'-
 4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(2'-, 3'-, 又は4'-ニトロフェニル)-3-(2'-, 3'-, 又は4'-
 4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(2'-5'-ジメトキシフェニル)-3-(2'-, 3'-, 又は4'-ニト
 ロフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(2'-クロロ-4'-ニトロフェニル)-3-(2'-, 3'-, 又は4'-
 クロロフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(4'-メチルフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン
 1-(2'-メチル-6'-クロロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(4'-メトキシフェニル)-3-(2', 4'-ジクロロ-5'-メチルフェニル)-5-ピ
 ラゾロン
 1-フェニル-3-(2', 4'-ジクロロ-5'-メチルフェニル)-5-ピ
 ラゾロン
 1-フェニル-3-(2'-ニトロ-3'-メトキシフェニル)-5-ピラゾ
 ロン
 1-フェニル-3-(3'-メチルフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(1'-ナフチル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

などがあげられ式(2)の場合は更に

1-(4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン
 1-(2'-クロロ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2'-スルホ-4'-メチル-5'-クロロフェニル)-3-メチル-5-
 ピラゾロン
 1-(2'-スルホ-4'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2', 5'-ジクロロ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(4'-スルホナフチル-1')-3-メチル-5-ピラゾロン
 1-(5'-スルホナフチル-1')-3-メチル-5-ピラゾロン
 1-(2', 5'-ジメトキシ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラ
 ロン
 1-(2', 3'-, 又は4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2'-スルホ-4'-メチル-5'-クロロ)-3-(2'-, 3'-, 又は4'-
 4'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン
 1-(2'-クロロ-4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
 ロン
 1-(4'-スルホフェニル)-3-(3'-メトキシフェニル)-5-ピラゾ
 ロン
 1-(2', 5'-ジメトキシ-4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピ
 ラゾロン
 1-(5'-スルホナフチル-1')-3-フェニル-5-ピラゾロン

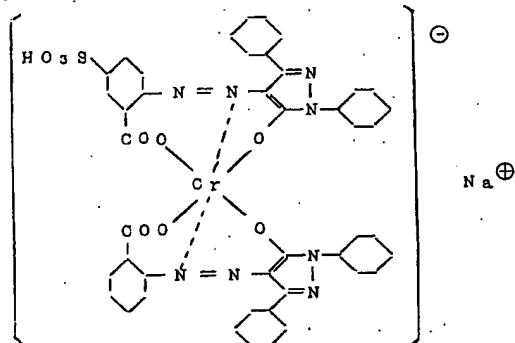
などがあげられる。

次に前記一般式(2)又は(3)の染料を1:1クロム

錯塩に転化させることは普通よく知られた方法で
 クロム錯塩化剤を反応させることによつてできる。
 この1:1クロム錯塩染料と金属を含まない染料
 との反応は弱酸性又は弱アルカリ性の水溶性溶媒
 又は有機溶媒^中で50~120℃で行うのが都合
 がよい。

一般に使用する1:1クロム錯塩と金属を含ま
 ない染料との割合はできるだけ当量比に近いのが
 有利である。次に本発明方法を実施例によつて説
 明する。実施例中部とあるのは重量部である。

実施例1



前記構造式で表わされる染料0.03部を150
 部の水に溶解し無水芒硝0.15部、酢酸アンモニウ
 ム等のアンモニウム塩を0.15部加え、羊毛3
 部を加えて20~60分で常温から100℃に昇
 温、その温度で30~60分染色する。所望によ
 り更に酢酸を添加し染料の吸尽を促進させてもよ
 い。日光及び洗濯に堅牢で鮮明な黄色の染色物が
 得られた。

実施例2

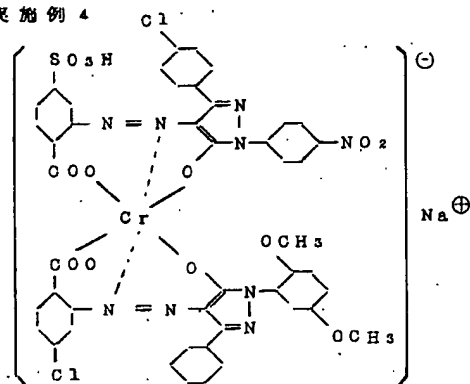
実施例1で使用した染料2部、尿素5部を100
 部の水に溶解しこの溶液にナイロンタフタをパン
 デイングし予備乾燥した後180℃で3秒間乾燥
 する。次いで硫酸0.6部を含む100部の硫酸水
 溶液で100℃、20秒間処理し水洗乾燥すると
 日光及び洗濯に堅牢な鮮明な黄色の染色物が得ら
 れた。

実施例3

同じく実施例1で使用した染料2部、尿素5部
 を100部の水に溶解しこの液にナイロンタフタ
 をパンデイングし予備乾燥した後120℃で2分

間蒸熱し水洗する。次いで銀塩 0.6 部を含む 100 部の水溶液で 100℃、20 秒間処理し水洗乾燥すると日光及び洗濯に堅牢な黄色染色物が得られた。

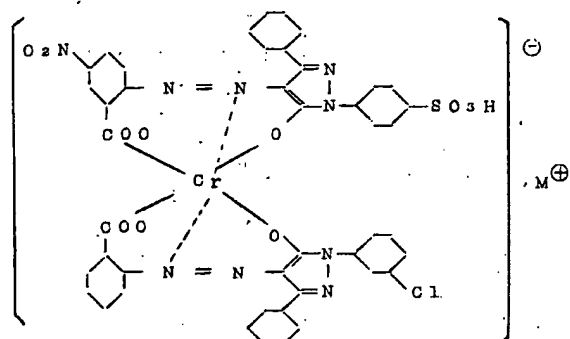
实例 4



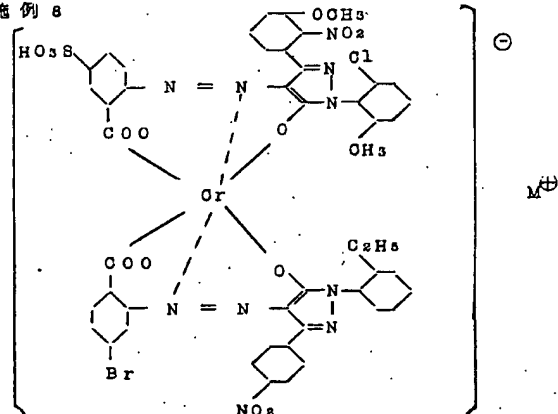
前記構造式で表わされる染料 0.06 部を 150 部の水に溶解し無水芒硝 0.15 部、酢酸アンモニウム等のアンモニウム塩 0.15 部を加え、絹 3 部を加えて 20 ~ 60 分で常温から 100 °C に昇温、その温度で 40 ~ 60 分間染色すると日光及び洗濯に堅牢な鮮明な黄色の染色物が得られた。

又はアルカリ土類金属を示す。

实施例 7



实施例 8



实施例 5

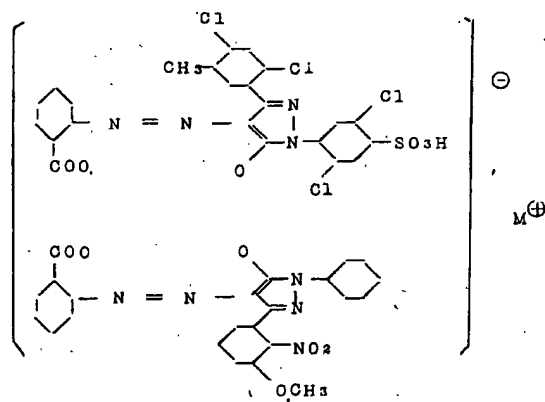
実施例 4 で使用した染料 0.06 部を 150 部の水に溶解し無水芒硝又は食塩 0.6 部を加えてピニロン 3 部を加え 30 ~ 60 分で常温から 90℃ に昇温その温度で 40 ~ 60 分間染色すると日光及び洗濯に堅牢で鮮明な黄色の染色物が得られた。

实施例 6

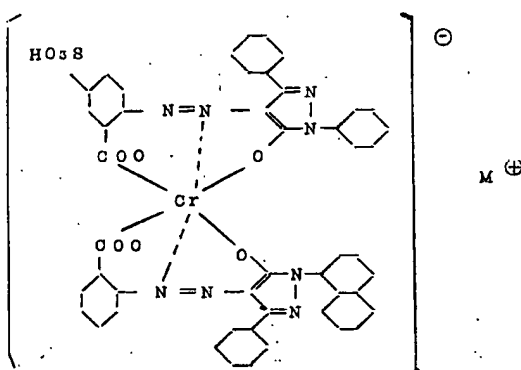
同じく実施例 4 で使用した染料 3 部、染料溶解剤 5 部を水 3 部で溶解した後、糊剤（10%ペースト）60 部を加えて混合し更に硫酸アンモニウム 1 部を添加した色糊を羊毛に印染し常圧 100 ~ 105℃ で 20 ~ 40 分間蒸熱固着した後、水洗すると日光及び洗濯に堅牢で鮮明な捺染物が得られた。

上記 2 種類の染料と同様に実施例 1 ~ 実施例 6 に示したような操作を下記構造で示される染料について実施すると日光及び洗濯に堅牢な黄色の染色物及び捺染物が得られた。以下染料の構造式のみを示し実施例 7 ~ 13 とする。式中 M はアルカリ

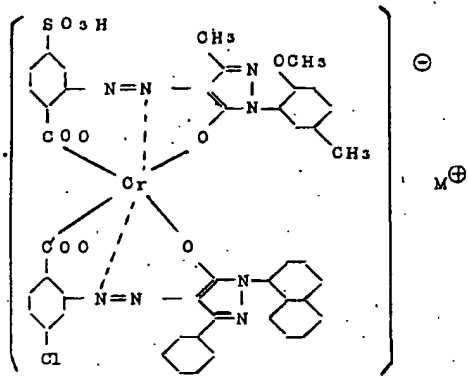
· 实施例 9



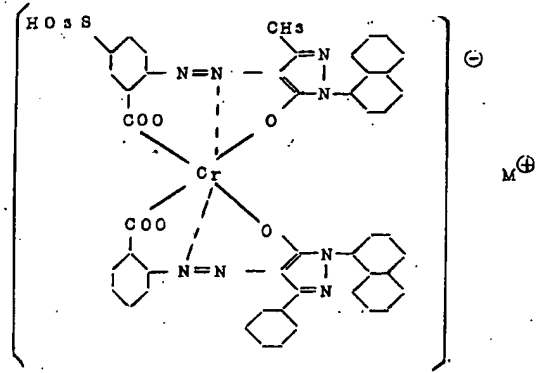
实施例 10



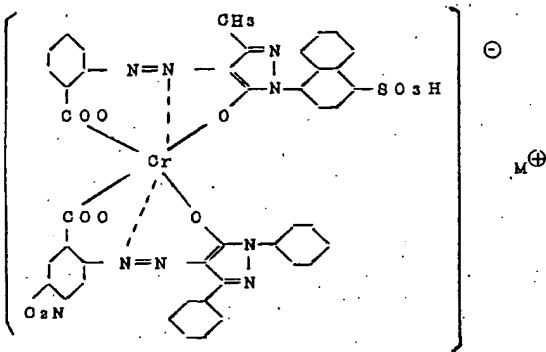
実施例 1 1



実施例 1 3



実施例 1 2



7. 前記以外の発明者

オオミヤ キタブクロ
住所 埼玉県大宮市北袋2の336
氏名 セノウ ヒロシ
妹 尾 洋

フキヤウ コシカワ
住所 東京都文京区小石川4の12-8
氏名 イ トウ コウ ジ
伊 藤 孝 滋

手 続 補 正 書

昭和 48 年 7 月 10 日

特許庁長官 三 宅 幸 夫 殿

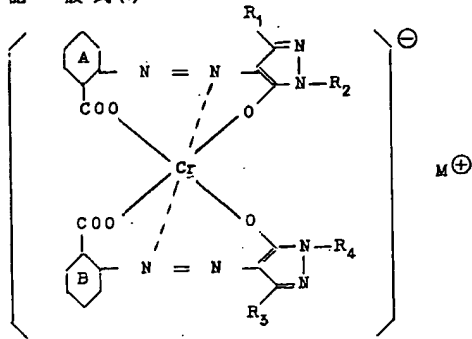
1. 事件の表示
昭和 4 8 年 特 許 願 第 2 0 2 3 3 号
2. 発明の名称
繊維材料の染色法
3. 補正をする者
事件との関係 特 許 出 願 人
東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
(408) 日本化薬株式会社
代表者 取締役社長 原 安三郎
4. 代 理 人
東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
日本化薬株式会社内
(6126) 弁理士 竹 田 和 彦 参
5. 補正命令の日付
(自 発)
6. 補正により増加する発明の数
なし
7. 補 正 の 対 象
明細書の特許請求の範囲及び発明の詳細な説明の欄
8. 補 正 の 内 容
別紙の通り

補 正 の 内 容

(1) 明細書第1頁の特許請求の範囲を次のとおり訂正する。

2 特許請求の範囲

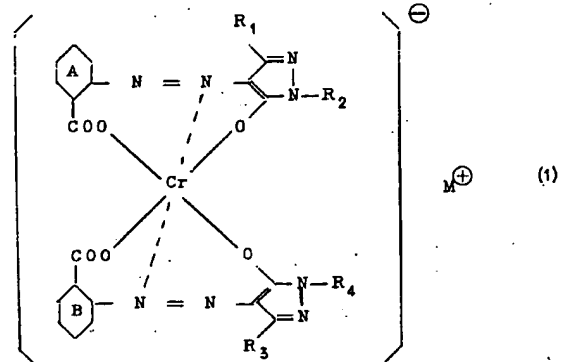
下記一般式(1)



(式中 R_1 , R_3 は共にフェニル基か又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし R_2 , R_4 は R_1 , R_3 が共にフェニル基の場合にフェニル基又はナフチル基で、 R_1 , R_3 の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B 及び R_1 , R_2 , R_3 ,

R_4 がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有していてもよく、A 又は R_2 の何れか一方に1個のスルホン酸基を有するものとする。M はアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法。

(2) 明細書第2頁一般式(1)を次のとおり訂正する。



(3) 明細書第3頁第5行目にて「A 又は R_2 の何れかひとつは」とある部分を「A 又は R_2 の何れか一方に1個の」と訂正する。

(4) 明細書第14頁の実施例9の構造式を次のとおり訂正する。

